

Penghargaan

Ucapan terima kasih kepada penyelia utama, Prof. Madya Rozman Hj. Din kerana peluang keemasan yang diberikan, serta bantuan dan tunjuk ajar yang diberikan tanpa jemu-jemu. Juga kepada En. Abusamah sebagai penyelia kedua yang membantu dalam setiap segi bagi menyelesaikan masalah yang dihadapi ketika penyelidikan dijalankan.

Kepada keluarga semua, terutama Mama dan Ninie, isteri tersayang yang saling memberikan semangat dan motivasi hidup. Sokongan dalam apa jua bentuk ini tidak dapat dinilai dengan apa jua. Dan kehadiran Balqis, menambahkan semangat untuk berusaha lebih gigih.

Kepada staff PPTI, yang membantu secara langsung dengan penyelidikan atau tidak, terima kasih tidak terhingga kerana bersabar ketika melayan kerenah.

Kepada semua teman yang selalu berbincang ketika menghadapi masalah, ucapan ribuan terima kasih.

Akhir kata, ucapan jutaan kepada semua yang pernah memberi segala tunjuk ajar dan nasihat dalam menjalani hidup ini.

ISI KANDUNGAN	
Penghargaan	Muka surat I
Isi Kandungan	II
Senarai Rajah Dan Jadual	VI
Senarai Simbol	X
Abstrak	XII
Abstract	XIV
1.0 PENGENALAN	Muka surat 1
2.0. TINJAUAN LITERATUR	3
2.1. Komposit Poliester Tak Tepu	7
2.1.1. Poliester Tak Tepu	7
2.1.1.1. Sejarah	7
2.1.1.2. Definisi	8
2.1.1.3. Pematangan	10
2.1.1.3.1. Penggelan Dan Pematangan	13
2.1.1.4. Penghasilan Poliester Tak Tepu	13
2.1.1.5. Stirena	15
2.1.1.6. Perencat	16
2.1.2. Agen Pelincir Pengacuanan	17
2.1.3. Agen Penglikat	19
2.1.4. Pemangkin	22
2.1.5. Pengisi	24

2.2. Sekam Padi	25
2.2.1. Sekam Padi Secara Umum	25
2.2.2. Morfologi	26
2.2.3. Sifat Fizikal	27
2.2.4. Kandungan Kimia	27
2.2.5. Kegunaan SP	31
2.3. Penyelidikan-Penyelidikan Yang Telah Dijalankan Bagi Komposit Poliester Tak Tepu	34
2.3.1. Pengisi Organik	34
2.3.2. Pengisi Tak Organik	37
2.3.3. Rawatan Atau Pengubahsuaian Pengisi	41
2.4. Pengubahsuaian Pengisi	48
2.4.1. Bahan Kimia Yang Digunakan	49
2.4.2. Faktor Yang Perlu Diambil Kira Untuk Tindakbalas	50
2.4.3. Tindakbalas Yang Terbabit Dalam Pengubahsuaian	51
2.4.4. Pengubahsuaian Lignoselulosa Yang Telah Dijalankan	53
2.5. Objektif	55
3.0. UJIKAJI	57
3.1. Bahan	57
3.1.1. Bahan Kimia Dalam Pembuatan Bod	57
3.1.2. Proses Pengubahsuaian SP	58

3.2. Peralatan	62
3.3. Kaedah	62
3.3.1. Penghasilan Partikel Sekam Padi	62
3.3.2. Formulasi Komposit Poliester Tak Tepu-Sekam Padi	63
3.3.3. Penghasilan Bod Komposit	63
3.3.4. Tindakbalas Pengubahsuaian Kimia Sekam Padi	65
3.4. Pengujian	66
3.4.1. Analisis Imej	66
3.4.2. Ujian Hentaman	66
3.4.3. Ujian Lenturan	67
3.4.4. Ujian Tensil	67
3.4.5. Ujian Penyerapan Air Dan Pembengkakkan Ketebalan	68
3.4.6. Analisis Mikroskop Penskanan Elektron (SEM)	69
3.4.7. Ujian IR	69
3.4.8. Ujian DSC	70
4.0. KEPUTUSAN DAN PERBICANGAN	71
4.1. Taburan Saiz Sekam Padi	71
4.2. Komposit Sekam Padi Tanpa Pengubahsuaian	77
4.2.1. Ujian Hentaman	77
4.2.2. Ujian Lenturan	80
4.2.3. Ujian Tensil	84

4.2.4. Ujian Penyerapan Air Dan Pembengkakkan Ketebalan	92
4.2.5. Analisis SEM	95
4.3. Komposit Sekam Padi Yang Diubahsuai	101
4.3.1. Peratus Kenaikan Berat (% WPG)	101
4.3.2. Ujian Hentaman	104
4.3.3. Ujian Lenturan	107
4.3.4. Ujian Tensil	110
4.3.5. Ujian Penyerapan Air Dan Pembengkakkan Ketebalan	116
4.3.6. Analisis SEM	120
4.4. Analisis IR	125
4.5. Analisis DSC	132
5.0. KESIMPULAN	137
5.1. Perbincangan Umum	137
5.2. Kesimpulan	143
6.0. CADANGAN UNTUK KAJIAN LANJUTAN	144
7.0. RUJUKAN	146
Lampiran 1	
- Jadual ANOVA	156

SENARAI RAJAH

Rajah	Tajuk	Muka surat
Rajah 2.1	Tindakbalas Penglikatan Poliester	20
Rajah 2.2	Struktur Tert-Butil Perbenzoat	23
Rajah 2.3	Tindakbalas Lignoselulosa Dengan GMA	51
Rajah 2.4	Tindakbalas Lignoselulosa Dengan MAH	51
Rajah 2.5	Tindakbalas Lignoselulosa Dengan SAH	52
Rajah 4.1	Taburan Panjang SP No. Mesh 35-60	72
Rajah 4.2	Taburan Lebar SP No. Mesh 35-60	72
Rajah 4.3	Taburan Panjang SP No. Mesh 60-80	73
Rajah 4.4	Taburan Lebar SP No. Mesh 60-80	73
Rajah 4.5	Taburan Panjang SP No. Mesh 100-400	74
Rajah 4.6	Taburan Lebar SP No. Mesh 100-400	74
Rajah 4.7	Taburan Nisbah Aspek SP No. Mesh 35-60	75
Rajah 4.8	Taburan Nisbah Aspek SP No. Mesh 60-80	75
Rajah 4.9	Taburan Nisbah Aspek SP No. Mesh 100-400	76
Rajah 4.10	Kekuatan Hentaman Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	77
Rajah 4.11	Kekuatan Lenturan Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	83
Rajah 4.12	Modulus Lenturan Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	83
Rajah 4.13	Kekuatan Tensil Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	88
Rajah 4.14	Modulus Tensil Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	88
Rajah 4.15	Pemanjangan Takat Putus Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	91
Rajah 4.16	Keliatan Tensil Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	91
Rajah 4.17	Kadar Penyerapan Air Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Komposit SP 42% Dan 57%)	94

Rajah 4.18	Kadar Pembengkakan Ketebalan Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Komposit SP 42% Dan 57%)	94
Rajah 4.19 (a)	Gambarajah SEM Komposit Tanpa Pengisi (Pembesaran 499X)	95
Rajah 4.19 (b)	Gambarajah SEM Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Nm100-400/57% SP, Pembesaran 300X)	95
Rajah 4.19 (c)	Gambarajah SEM Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Nm100-400/57% SP, Pembesaran 500X)	96
Rajah 4.19 (d)	Gambarajah SEM Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Nm60-80/57% SP, Pembesaran 300X)	96
Rajah 4.19 (e)	Gambarajah SEM Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Nm35-60/57% SP, Pembesaran 499X)	97
Rajah 4.19 (f)	Gambarajah SEM Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Nm60-80/57% SP, Pembesaran 69.9X)	97
Rajah 4.19 (g)	Gambarajah SEM Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian (Nm35-60/57% SP, Pembesaran 70X)	98
Rajah 4.20	Peratus Kenaikan Berat (% WPG)	101
Rajah 4.21	Struktur Kimia Reagen Pengubahsuaian	102
Rajah 4.22	Kekuatan Hentaman Komposit SP Diubahsuai	104
Rajah 4.23	Kekuatan Lenturan Komposit SP Diubahsuai	109
Rajah 4.24	Modulus Lenturan Komposit SP Diubahsuai	109
Rajah 4.25	Kekuatan Tensil Komposit SP Diubahsuai	112
Rajah 4.26	Modulus Tensil Komposit SP Diubahsuai	112
Rajah 4.27	Pemanjangan Takat Putus Komposit SP Diubahsuai	115
Rajah 4.28	Keliatan Tensil Komposit SP Diubahsuai	115
Rajah 4.29	Kadar Penyerapan Air Komposit SP Diubahsuai	119
Rajah 4.30	Kadar Pembengkakan Ketebalan Komposit SP Diubahsuai	119
Rajah 4.31 (a)	Gambarajah SEM Komposit SP-GMA 19.67% WPG (Pembesaran 200X)	122

Rajah 4.31 (b)	Gambarajah SEM Komposit SP-GMA 19.67% WPG (Pembesaran 70X)	122
Rajah 4.31 (c)	Gambarajah SEM Komposit SP-MAH 18.24% WPG (Pembesaran 69.9X)	123
Rajah 4.31 (d)	Gambarajah SEM Komposit SP-MAH 18.24% WPG (Pembesaran 100X)	123
Rajah 4.31 (e)	Gambarajah SEM Komposit SP-SAH 32.11% WPG (Pembesaran 500X)	124
Rajah 4.31 (f)	Gambarajah SEM Komposit SP-SAH 32.11% WPG (Pembesaran 100X)	124
Rajah 4.32	Spektrum IR SP No. Mesh 35-60 Tanpa Pengubahsuaian	128
Rajah 4.33	Spektrum IR Komposit SP Tanpa Pengubahsuaian	128
Rajah 4.34	Spektrum IR SP-GMA	129
Rajah 4.35	Spektrum IR Komposit SP-GMA	129
Rajah 4.36	Spektrum IR SP-MAH	130
Rajah 4.37	Spektrum IR Komposit SP-MAH	130
Rajah 4.38	Spektrum IR SP-SAH	131
Rajah 4.39	Spektrum IR Komposit SP-SAH	131
Rajah 4.40	Perbandingan Analisis Terma SP Diubahsuai	133
Rajah 4.41	Termogram SP No. Mesh 35-60	134
Rajah 4.42	Termogram SP-GAM 19.67% WPG	134
Rajah 4.43	Termogram SP-MAH 18.24% WPG	135
Rajah 4.44	Termogram SP-SAH 32.11% WPG	135
Rajah 4.45	Termogram Lignin Alcell	136

SENARAI JADUAL

Jadual 2.1	Analisis SP	M/S 29
Jadual 2.2	Analisis SP	30
Jadual 2.3	Perbandingan Komposisi Antara SP Dan Sekam Oat	30
Jadual 2.4	Formulasi Komposit	63

SENARAI SIMBOL

BMC	Sebatian Acuan Pukul
CaCO ₃	Kalsium Karbonat
CaO	Kalsium Oksida
CPR	Poliester Tak Tepu Terisi Dengan Kalsium Karbonat
DAP	Diallil Ftalat
DMF	N,N-Dimetil Formamida
DSC	<i>“Differential Scanning Calorimetry”</i>
EFB	Tandan Kosong Kelapa Sawit
FPR	Poliester Tak Tepu Terisi Dengan " <i>Flyash</i> "
FRP	Plastik Terkuat Gentian
FTIR	<i>“Fourier Transform Infrared”</i>
GMA	Glisidil Metakrilat
HDPE	Polietilena Berketumpatan Tinggi
IR	<i>“Infrared”</i>
MAH	Maleik Anhidrida
MEKP	Metil Etil Keton Peroksida
MgO	Magnesium Oksida
MSC	Serbuk Gergaji Dirawat Dengan MAH Tanpa Pencuciannya
NA	Nombor Asid
NaOH	Natrium Hidroksida
NaWC	Serbuk Kayu Dirawat Dengan Dengan NaOH
nm35-60/ 42% SP	No.Mesh SP 35-60/ 42% SP Dalam Komposit
nm60-80/ 42% SP	No.Mesh SP 60-80/ 42% SP Dalam Komposit
nm100-400/ 42% SP	No.Mesh SP 100-400/ 42% SP Dalam Komposit

nm35-60/ 57% SP	No.Mesh SP 35-60/ 57% SP Dalam Komposit
nm60-80/ 57% SP	No.Mesh SP 60-80/ 57% SP Dalam Komposit
nm100-400/ 57% SP	No.Mesh SP 100-400/ 57% SP Dalam Komposit
nm35-60/ 72% SP	No.Mesh SP 35-60/ 72% SP Dalam Komposit
nm60-80/ 72% SP	No.Mesh SP 60-80/ 72% SP Dalam Komposit
nm100-400/ 72% SP	No.Mesh SP 100-400/ 72% SP Dalam Komposit
OH	Kumpulan Hidroksida
PAH	Ftalik Anhidrida
PG	Propilena Glikol
PMC	Sebatian Acuan Poliester
PR	Poliester Tak Tepu Tanpa Pengisi
SAH	Suksinik Anhidrida
SC	Serbuk Gergaji Tanpa Rawatan
SEM	Mikroskop Penskanan Elektron
SMC	Sebatian Acuan Kepingan
SP	Sekam Padi
SP-GMA	Sekam Padi Diubahsuai Dengan GMA
SP-MAH	Sekam Padi Diubahsuai Dengan MAH
SP-SAH	Sekam Padi Diubahsuai Dengan SAH
TBP	Tert-Butil Perbenzoat
WC	Serbuk Kayu Tanpa Rawatan
WMSC	Serbuk Gergaji Dirawat Dengan MAH Dan Pencuciannya
WPG	Peratus Kenaikan Berat

ABSTRAK

Dua jenis komposit poliester tak tepu dengan sekam padi (SP) sebagai pengisi telah dihasilkan iaitu komposit SP tanpa pengubahsuaian dan komposit SP yang telah diubahsuai. Bagi komposit SP tanpa pengubahsuaian, 3 peratusan pengisi SP dalam komposit dan 3 saiz pengisi yang berlainan dikaji. Keputusan hentaman menunjukkan terdapat peningkatan apabila peratus SP bertambah dengan saiz yang halus adalah lebih baik. Ujian lenturan pula menyaksikan kekuatan lenturan komposit SP yang halus ada peningkatan yang ketara, sementara modulus lenturan menunjukkan saiz SP yang halus dengan peratus pengisi 42% ada peningkatan. Modulus tensil menunjukkan ada peningkatan selepas penambahan SP, sementara kekuatan, pemanjangan takat putus dan keliatan tensil menurun apabila peratus SP meningkat. Saiz SP yang halus menunjukkan ia lebih baik dalam kekuatan, modulus dan keliatan tensil. Ujian penyerapan air dan pembengkakan ketebalan menunjukkan apabila kandungan pengisi semakin tinggi dan saiz SP semakin besar, kadar penyerapan air dan pembengkakan ketebalan semakin tinggi. Mikrograf SEM bagi komposit dengan SP tanpa pengubahsuaian bagi setiap saiz menunjukkan ada bahagian dari SP yang membentuk ikatan dengan matriks poliester dan terdapat perbezaan keserasian SP dengan matriks apabila saiz yang berbeza digunakan.

Untuk komposit dengan SP yang diubahsuai dengan 3 reagen iaitu glisidil metakrilat (GMA), maleik anhidrida (MAH) dan suksinik anhidrida (SAH), keputusan peratus kenaikan berat (WPG) menunjukkan SP yang diubahsuai dengan SAH lebih tinggi berbanding dengan GMA dan MAH. Ujian hentaman menyaksikan yang diubahsuai dengan GMA ada peningkatan berbanding dengan komposit SP tanpa

pengubahsuaian, sementara yang diubahsuai dengan MAH dan SAH ada penurunan. Kekuatan dan modulus lenturan serta kekuatan dan modulus tensil komposit SP yang diubahsuai dengan GMA dan MAH menunjukkan peningkatan dibandingkan dengan SP tanpa pengubahsuaian. Pengubahsuaian SP dengan GMA lebih baik berbanding MAH dan SAH. Pemanjangan takat putus dan keliatan tensil pula menyaksikan apabila semakin tinggi WPG SP diubahsuai dengan GMA, ia semakin meningkat. Dari ujian penyerapan air dan pembengkakan ketebalan menunjukkan SP diubahsuai dengan SAH lebih tinggi kadarnya berbanding dengan SP diubahsuai dengan MAH dan GMA. Keputusan “Fourier Transform Infrared” (FTIR) dan “Differential Scanning Calorimetry” (DSC) dapat membuktikan wujud kumpulan C=C pada SP selepas diubahsuai dan penglibatan kumpulan ini dalam tindakbalas sambung silang seterusnya berlaku semasa pembuatan komposit.

ABSTRACT

Two types of rice husk (SP)-unsaturated polyester composites had been studied, i.e., with unmodified SP (3 percentages of filler with 3 sizes of SP) and modified SP. Impact test results showed that strength increased as the percentage of filler was increased. The composites with the smaller size of SP displayed higher strength than those with larger ones. Flexural test results showed that those with smaller size filler displayed higher strength than those with larger ones, while modulus increased for those with smaller filler size especially at 42% of filler loading. Tensile modulus increased whilst tensile strength, elongation at break and toughness decreased as the percentage of filler was increased. Those with bigger size filler displayed higher water absorption and thickness swelling. From scanning electron micrograph (SEM), it could be seen that the compatibility of SP with the matrix varied depending on the percentage and size of filler in the composites. As for the modified SP, from the result of weight percent gain (WPG), those reacted with succinic anhydride (SAH) displayed higher WPG than glycidyl methacrylate (GMA) and maleic anhydride (MAH). Impact strength of those modified with GMA was higher than those modified with MAH and SAH, respectively. Flexural and tensile strength and modulus increased significantly after modification with GMA and MAH, which those with GMA modified displayed higher properties than the MAH modified. SP modified with GMA displayed higher elongation at break and tensile toughness as the WPG was increased. Water absorption and thickness swelling showed that those modified with SAH swelled and absorbed more water than those with GMA and MAH. FTIR analysis showed the evidence of C=C groups in the modified SP and the involvement of the groups in the later reaction to form cross linking.

1.0. PENGENALAN

Penghasilan komposit dari kayu atau jenis lignoselulosa lain sebagai pengisi dan bahan penguat sering mendapat perhatian masa kini. Kajian yang lebih mendalam pada masa sekarang mengenai bahan lignoselulosa adalah kerana ia berpotensi untuk menjadi alternatif kepada kayu dalam menghasilkan produk panel ataupun komposit. Ia dapat diperhatikan melalui permintaan yang tinggi terhadap produk berasaskan bahan yang mempunyai berat yang rendah dan mempunyai sifat yang tinggi.

Bahan lignoselulosa merupakan komponen polimer tiga dimensi yang terdiri dari bahan utama seperti selulosa, hemiselulosa dan lignin. Tiga bahan ini merupakan penyumbang atau dapat mempengaruhi sifat fizikal dan kimia kayu. Selulosa dan rantai glukosa ini dihubungkan melalui rangkaian glikosidik dan terdapat kumpulan OH bebas yang mampu menyerap kelembapan atmosfera. Proses pembengkakan dan pengecutan pada dimensi kayu boleh memberikan kesan yang tidak baik pada kayu. Perubahan dimensi ini boleh dielakkan dengan melemahkan kebolehan untuk menyerap kelembapan, menjadikan sentiasa pukal atau menjadikan tersambung-silang pada rantai selulosa.

Komposit poliester tak tepu sangat luas digunakan kerana kos yang murah serta sesuai untuk berbagai tujuan. Ia menjadi pilihan kerana mempunyai kekuatan yang tinggi dan sifat mekanikal yang baik. Pematangan poliester tak tepu melibatkan pengkopolimeran antara monomer stirena dan molekul poliester tak tepu dengan kehadiran pemula organik. Proses campuran dengan pengisi, bahan penguat serta bahan tambahan yang lain, boleh

disediakan melalui proses SMC, BMC atau “*Resin Transfer moulding (RTM)*”. Ia digunakan dalam industri disebabkan sifat mekanikal yang baik terutama apabila diperkuat dengan gentian atau pengisi.

2.0. TINJAUAN LITERATUR

Komposit boleh diterangkan sebagai bahan yang terbentuk apabila digabungkan dua atau lebih komponen bahan untuk menghasilkan sistem berbagai fasa yang mempunyai sifat fizikal yang berlainan dari yang asal. Komposit boleh dipecahkan kepada 3 kategori; partikulat (konkrit), gentian (poliester diperkuat gentian kaca) dan laminat (papan lapis). Polimer yang diperkuat oleh gentian organik lebih banyak digunakan dalam pelbagai aplikasi sebagai bahan struktur kerana ia boleh memberikan modulus spesifik dan kekuatan tensil yang baik. Polimer termoset diperkuat gentian banyak digunakan kerana dengan kehadiran gentian, komposit mempunyai modulus yang tinggi serta kerintangan rayap (krip) yang baik. Ini adalah kerana ia mempunyai struktur sambung-silang yang banyak. Namun, sekiranya tahap sambung-silang terlalu tinggi, produk yang terhasil bersifat lebih rapuh dan mudah rosak (Ismail *et al.*, 2001).

Kebanyakan matriks terdiri dari polimer organik. Selain itu terdapat juga matriks logam dan komposit matriks seramik yang kurang dilakukan penyelidikan mengenainya. Matriks organik dinamakan berdasar kepada struktur molekul, contohnya poliester. Matriks boleh dibahagikan kepada 2 iaitu jenis termoset dan termoplastik (Visconti, 1992).

Sifat dan jenis gentian yang digunakan dalam komposit boleh memberi kesan mekanikal yang nyata. Gentian organik semulajadi selalu digunakan sebagai bahan penguat. Walaupun selepas pembangunan komposit dari gentian tiruan, masih terdapat percubaan

untuk mengguna semula gentian organik semulajadi atau sintetik. Aplikasi gentian seperti ini selalunya bagi komposit yang tidak perlukan kekuatan dan kekakuan tinggi, tapi perlukan kekuatan hentaman dan keliatan yang tinggi seperti topi keledar (Visconti, 1992).

Kriteria yang selalu dilihat dalam penghasilan komposit boleh dibahagikan kepada 3 iaitu teknikal, ekonomik dan aspek pemasaran.

- a. Kriteria sifat teknikal yang dipertimbangkan ialah dari segi mekanikal statik, pemerhatian dan penelitian yang dibuat berdasarkan kepada sifat-sifat seperti kekuatan, kekakuan, kekuatan spesifik, kekakuan spesifik, cara pemerosotan, keliatan untuk patah, kadar pemanjangan untuk patah, kekerasan permukaan dan kerintangan untuk rosak. Dari segi mekanikal dinamik pula, sifat yang diperhatikan ialah kebolehan untuk bertahan ketika dikenakan beban yang berulang (sifat kelesuan), sifat hentaman, faktor kelembapan dan sebagainya. Dari sudut kimia, boleh dilihat dari sudut sifatnya terhadap suhu panas dan sejuk, rintangan terhadap api, rintangan terhadap pelarut, pemerosotan terma dan kesan kepada ekologi.
- b. Kriteria sifat ekonomik yang dipertimbangkan ialah dari sudut bahan mentah, jenis proses, kemahiran operator, keperluan kemasiapan dan kesan ekologi
- c. Sifat pemasaran iaitu imej inovatif yang boleh memberi keuntungan, keperluan perancangan industri, cabaran dalam penghasilan serta keperluan kualiti (Visconti, 1992).

Matriks polimer memerlukan interaksi yang baik dengan bahan pengisi. Fasa penyebaran amat penting bagi memberikan sifat komposit yang baik terutama dari segi sifat mekanikal. Masalah utama dalam komposit dengan pengisi gentian semulajadi ialah kelemahan interaksi antara pengisi dengan polimer matriks jika permukaan pengisi adalah hidrofilik sementara matriks polimer adalah hidrofobik (Dash *et al.*, 2000). Maka pengubahsuaian permukaan pengisi diperlukan bagi meningkatkan interaksi dengan matriks polimer, malah interaksi seperti ini adalah lebih baik dibandingkan dengan interaksi secara fizikal sahaja (Popa *et al.*, 1998).

Termoset terbentuk melalui pempolimeran yang melibatkan transformasi yang tidak boleh berpatah balik resin dari berberat molekul rendah kepada jalinan polimer yang bersambung-silang. Proses ini bergantung kepada suhu yang digunakan, jenis resin dan kepekatan pemula atau agen pematang (Azaar *et al.*, 1992). Komposit termoset diubah kepada rangkaian 3-dimensi melalui pematangan dalam acuan yang digunakan semasa proses tekan panas.

Sistem termoset yang utama ialah poliester tak tepu, epoksi dan fenolik. Penggunaan poliester tak tepu adalah yang paling popular kerana ia mudah dikendalikan. Terdapat 85% plastik terkuat gentian (FRP) yang menggunakan poliester tak tepu. Pengisi ditambah untuk meningkatkan pengendalian, sifat pengacuan, sifat pematangan di samping dapat mengurangkan kos (Saroja Devi *et al.*, 1998).

Termoset mengalami pematangan melalui sambung-silang. Pematangan termoset boleh dibahagi kepada 2 peringkat; peringkat pertama ialah tempoh semasa resin dalam acuan dipanaskan, ketika ini proses pematangan bermula. Ketika ini, disebabkan terma konduktiviti yang rendah dalam resin atau komposit tersebut, perbezaan suhu pada bahagian dalam komposit adalah nyata, yang mana pada permukaannya, suhu adalah lebih tinggi. Peringkat kedua pula ialah tempoh semasa pematangan. Tindakbalas pada mulanya berlaku pada permukaan resin, ketika ini suhu mencapai suhu maksimum. Namun, disebabkan haba yang dijana oleh pematangan sedang berlaku, maka suhu dalam resin akan meningkat, yang mana suhu adalah paling tinggi di kawasan tengah resin (Anonymous, 1992).

Produk komposit termoset termatang mudah mengeliding atau melengkung. Ini kerana semasa proses sambung-silang berlaku, wujud fenomena eksoterma yang tinggi dari proses pematangan serta konduktiviti haba yang rendah dalam resin (Anonymous, 1992). Fenomena ini menyebabkan pematangan tidak berlaku dengan sekata dalam satu masa di semua bahagian dalam komposit. Jika masa dipendekkan untuk mempercepatkan pematangan dan suhu pula terpaksa dinaikkan, ia akan menyebabkan masalah suhu yang akan naik secara mendadak dalam resin. Kecerunan suhu yang tinggi ini akan menyebabkan penyahwarnaan dan kerosakan pada bahan yang terhasil (Plesu *et al.*, 1994).

2.1. Komposit Poliester Tak Tepu

Dalam kajian ini, komposisi komposit poliester tak tepu adalah terdiri dari resin poliester tak tepu, agen pelincir, agen pengliat, pemangkin dan pengisi.

2.1.1. Poliester Tak Tepu

Tinjauan yang dibuat adalah mengenai sejarah, definisi, pematangan dan penghasilan poliester tak tepu, serta monomer stirena dan perencat dalam sistem poliester tak tepu.

2.1.1.1. Sejarah

Resin poliester tak tepu telah dikenali lebih dari 100 tahun yang lalu. Pada peringkat awalnya, hanya pemula jenis radikal bebas digunakan untuk pematangan. Kemudiannya barulah digunakan monomer stirena bagi mempertingkatkan kadar proses sambung-silang untuk pematangan. Sekitar tahun 1950-an, teknik tekan panas menjadi popular untuk menghasilkan komposit poliester tak tepu yang lebih ekonomik. Semasa perang dunia kedua, poliester tak tepu yang dicairkan dengan stirena telah berjaya dimajukan melalui teknik pematangan sejuk dengan menggunakan pengisi jenis potongan pintalan bertikar ("*chopped strand mat*") sebagai bahan penguatnya. Kemudian, penyelidikan tentang poliester tak tepu sering dijalankan bagi mencari satu kaedah yang sesuai untuk menghasilkan bahan yang terbaik (Robert, 1982).

Selepas penemuan kaedah sebatian pengacuanan pukal (BMC), gentian kaca menjadi pilihan terbaik sebagai pengisi kerana bahan yang terhasil didapati mempunyai sifat mekanikal yang amat baik. Sebatian pengacuanan kepingan (SMC) pula telah diperkenalkan oleh Bayer pada lewat 1960-an. Teknik ini lebih mudah untuk diuruskan dan sifat yang ada padanya adalah baik. Berbagai penyelidikan telah dibuat bagi menghasilkan komposit yang lebih kuat dan menarik seperti menggunakan penglikatan secara kimia bagi menjimatkan masa pemprosesan (Robert, 1982).

2.1.1.2. Definisi

Pada amnya, sebatian pengacuanan poliester (*Polyester Molding Compound*) terdiri daripada resin poliester, stirena, gentian kaca dan pengisi. Gentian kaca adalah penyumbang utama kepada sifat mekanikal. Namun penggunaan pengisi lain juga memainkan peranan penting kerana ia memudahkan resin menjadi lebih terlikt, di samping boleh menjimatkan kos pembuatan. Pengisi ini akan mengubahsuai kelikatan matriks, dengan itu penyebaran yang berlaku dalam sistem matriks antara resin dan pengisi menjadi lebih baik (Robert, 1982).

Secara umum resin poliester boleh dibahagi kepada 2 jenis iaitu jenis tepu (polietilena tereftalat , sejenis termoplastik untuk pengacuanan suntikan “*injection moulding*”) dan poliester tak tepu (termoset yang boleh mengalami sambung-silang semasa pematangan dengan kehadiran pelarut aktif dan pemangkin) (Weatherhead, 1980).

Secara asasnya, komposisi poliester tak tepu terdiri dari asid tepu, asid tak tepu dan juga glikol. Asid tak tepu berfungsi sebagai tapak untuk sambung-silang. Asid tepu pula berfungsi sebagai penentu kepada darjah atau kepekatan asid tak tepu, manakala glikol berfungsi untuk menjalani esterifikasi dan juga sebagai jambatan untuk menghubungkan asid-asid menjadi satu rantaian polimer. Bagi poliester pelbagai guna atau juga dikenali sebagai resin (orto)ftalik, ia terdiri dari asid ftalik, asid maleik dan juga propilena glikol. Maleik anhidrida (MAH) menyediakan kumpulan vinil pada resin poliester. Ftalik anhidrida (PAH) dan propilena glikol (PG) pula sebagai penambah kepada rantai. Struktur aromatik pada PAH menjadikan rantai poliester lebih kaku dan serasi dengan monomer stirena (Jadhav *et al.*, 1988).

Kebanyakan resin poliester tak tepu mengandungi 30-50% stirena (berdasarkan berat), iaitu bersamaan dengan 2 mol stirena dengan setiap 1 mol ikatan dubel pada poliester. Proses pematangan yang berlaku adalah melibatkan pengkopolimeran antara stirena dengan rantai poliester tak tepu yang memerlukan kehadiran pemula organik (Kenny, 1996).

Kini banyak barangan yang diperbuat dari poliester tak tepu yang diperkuat dengan gentian kaca, contohnya dalam industri pengangkutan, barangan elektrik dan elektronik, perabot dan sebagainya (Yang *et al.*, 1997).

Teknik yang selalu digunakan ialah SMC atau BMC. Teknologi SMC biasanya memerlukan agen penglikat semasa proses pematangan. Kegunaan agen penglikat ini

adalah untuk sistem “*pre-preg*” yang mana ia memerlukan keadaan matriks yang cukup likat bagi memudahkan pengendaliannya dan untuk mengawal kelikatan sebaik mungkin bagi memudahkan pengisi diaplikasikan. Dengan ini proses pematangan dengan pengisi akan terhasil dengan baik (Yang *et al.*, 1997).

2.1.1.3. Pematangan

Poliester tak tepu boleh dicampurkan dengan pengisi dan mengalami pematangan dengan kehadiran radikal bebas yang akhirnya akan menghasilkan bahan komposit termoset. Tindakbalas pematangan oleh poliester tak tepu adalah melibatkan tindakbalas pengkopolimeran sambung-silang secara radikal bebas antara C=C stirena dan C=C pada poliester tak tepu.

Tindakbalas pematangan berlaku apabila sambung-silang terjadi antara radikal bebas pada kumpulan tak tepu C=C pada rantai-rantai poliester tak tepu dengan radikal monomer yang menghasilkan jambatan antara rantai-rantai poliester tak tepu. Radikal bebas yang wujud ini terjadi setelah peroksida (pemula radikal bebas) terurai menjadi radikal bebas seterusnya menyebabkan C=C pada rantai poliester tak tepu dan juga stirena menjadi radikal bebas.

Pematangan akan terjadi sebaik saja mungkin ditambah. Bagi yang memerlukan suhu tinggi, ia akan terjadi setelah suhu yang dikehendaki oleh pemangkin peroksida untuk mengurai tercapai.

Sebaik saja radikal bebas terhasil, sambung-silang akan berlaku. Suhu eksotermik ini akan meningkat dengan cepat melebihi 150°C. Ketika ini kadar penghasilan radikal bebas akan meningkat. Jika keadaan ini tidak dikawal, sedangkan masih ada lagi mangkin yang belum terurai di dalam matriks, ia boleh merosakkan resin. Sebab itu perlu dikenal pasti mangkin yang sesuai digunakan dengan mengetahui kadar penguraianya, separuh hayat, suhu kritikalnya dan kandungan oksigen aktif di dalam mangkin tersebut (Weatherhead, 1980). Separuh hayat bermaksud masa untuk mangkin itu mengurai menjadi separuh. Ia boleh menunjukkan kadar penguraian mangkin. Suhu kritikal bermaksud suhu minimum untuk mangkin mengurai menjadi radikal bebas. Umumnya peroksida yang mempunyai suhu kritikal antara 60-130°C saja yang digunakan dalam sambung-silang poliester. Kandungan oksigen aktif adalah peratus oksigen aktif (-O-O-) dalam peroksida yang berketulenan 100%. Ia memberi penunjuk kepada bilangan radikal bebas yang boleh didapati apabila penguraian secara normal berlaku (Weatherhead, 1980).

Sifat poliester tak tepu yang termatang dipengaruhi oleh jenis dan nisbah asid dan glikol, berat molekul, taburan berat molekul, jenis kumpulan hujung, taburan unit ulangan dan jenis ketidaktepuan (Abdel-Azim *et al.*, 1995). Kadar tindakbalas pematangan adalah paling tinggi pada sistem poliester tak tepu-stirena yang mempunyai berat molekul yang tinggi (Liu *et al.*, 1994).

Terdapat 3 kemungkinan tindakbalas kimia dalam pematangan antara poliester tak tepu dan stirena, iaitu, antara stirena-stirena, stirena dengan C=C pada rantai poliester dan C=C antara rantai-rantai poliester. Tindakbalas ini terbahagi kepada 4 jenis iaitu:

- i. sambung silang intermolekul dengan/tanpa melibatkan stirena, (membentuk rangkaian makroskopik melalui rangkaian molekul poliester yang berdekatan)
- ii. sambung silang intramolekul dengan/tanpa melibatkan monomer stirena, (meningkatkan ketumpatan sambung silang dan mengurangkan saiz gelung poliester, tapi tidak melibatkan diri dalam pembentukan rangkaian makroskopik)
- iii. tindakbalas stirena menjadikan molekul poliester bercabang (menggunakan unit sambung-silang dan mungkin tingkatan sedikit saiz gelung poliester tetapi ini tidak terlibat dalam pembentukan rangkaian polimer)
- iv. tindakbalas homopolimer stirena bebas yang menghasilkan segmen terlarut yang tidak terlibat dalam pembentukan rangkaian polimer.

Walaupun semua yang di atas melibatkan kinetik pematangan, hanya 1 dan 2 saja yang melibatkan pembentukan rangkaian (Liu *et al.*, 1994).

Untuk memulakan tindakbalas, pemula/pemangkin akan diuraikan dan menghasilkan radikal bebas. Ia akan memulakan pempolimeran melalui rangkaian poliester tak tepu yang terhampir dan akan menghasilkan rantai polimer primer oleh rangkaian stirena melalui tindakbalas inter dan intramolekul (Liu *et al.*, 1994).

Pematangan poliester tak tepu akan memberi kesan sampingan iaitu kira-kira 7% daripadanya akan mengalami pengecutan atau menggeleding. Walaupun telah digunakan

pengisi atau diperkuat dengan gentian kaca, masih wujud masalah seperti permukaan yang kurang elok, bahagian yang akan melengkong dan berlaku pecahan bahagian dalaman. Jadi untuk mengatasinya, aditif bersifat lengai ("*low-profile additives*") telah digunakan bagi mengurangkan masalah ini (Huang *et al.*, 1995).

2.1.1.3.1. Penggelan Dan Pematangan

Selepas tempoh induksi, radikal bebas akan mengalami pempolimeran sambung-silang yang melibatkan kumpulan fumarat pada rantai poliester dan monomer stirena. Masa penggelan disebut sebagai tempoh di antara penambahan pemula ke dalam resin dan kemunculan gel yang bersifat lembut dan sukar dikawal ("*soft intractable*"). Pada ketika ini tahap sambung-silang adalah lebih kurang 1-2%. Kandungan stirena dalam resin komersial adalah 2:1 (nisbah stirena:fumarat adalah 2:1). Jika kandungan stirena berlebihan melebihi 45%, penyebaran blok homopolimer stirena akan meningkat dalam kopolimer fumarat dan ini menyebabkan pengkopolimeran terhenti (Jadhav *et al.*, 1988).

2.1.1.4. Penghasilan Poliester Tak Tepu

Cara penghasilan poliester tak tepu adalah melalui dua peringkat. Pertama dengan penghasilan monoester (tindakbalas antara maleik anhidrida dengan diol) dan peringkat kedua ialah polikondensasi.

Secara amnya, untuk penghasilan poliester tak tepu, komponen-komponen berikut diperlukan; glikol, asid dibasik tak tepu, asid dibasik tepu, monomer yang reaktif dan juga perencat (Weatherhead, 1980). Maleik anhidrida (MAH) menyediakan kumpulan vinil dalam poliester resin, sementara propilena glikol (PG) dan ftalik anhidrida(PAH) pula berfungsi sebagai penyambung rantai (Liu *et al.*, 1994). Monomer yang hadir boleh bertindak sebagai pelarut aktif, atau agen sambung-silang. Monomer yang sering digunakan ialah stirena kerana kos yang murah dan merupakan pelarut yang baik bagi kumpulan ester, mudah bertindakbalas dengan komponen tak tepu dalam rantai polyester (Gunduz *et al.*, 1992). Sifat kekakuan dan fleksibel resin ini juga bergantung kepada jenis monomer yang digunakan (Abdel-Azim *et al.*, 1995). Penggunaan stirena begitu popular kerana sifat yang diberikan berbaloi dengan harganya (Jadhav *et al.*, 1988).

Asid tak tepu dalam kandungan poliester tak tepu berfungsi untuk menyediakan tapak berlakunya proses sambung-silang. Selalunya bahan yang digunakan untuk fungsi ini ialah maleik anhidrida (Abdel-Azim *et al.*, 1995). Maleik anhidrida, adalah yang paling ekonomik yang digunakan (Jadhav *et al.*, 1988).

Glikol penyumbang kepada sifat kekerasan dan keterlenturan resin. Selalunya propilena glikol yang digunakan akan memberikan sifat fizikal dan kimia yang baik. Keterlenturan ini boleh diubahsuai dengan melakukan kondensasi dengan glikol yang lain, sebagai contoh dengan menggunakan dietilena glikol ataupun glikol yang berantai panjang (Abdel-Azim *et al.*, 1995).

2.1.1.5. Stirena

Monomer dalam sistem poliester tak tepu berfungsi sebagai pelarut yang aktif bagi menghasilkan cecair yang mempunyai kelikatan yang sesuai. Ia juga berfungsi sebagai jambatan untuk sambung-silang berlaku yang akan menghasilkan struktur termoset.

Stirena adalah monomer yang paling popular berdasarkan sifatnya yang boleh terlarut dalam poliester, darjah homopolimer yang rendah, harganya murah serta mudah diperolehi. Ia juga boleh berfungsi untuk mengurangkan kepekatan poliester. Ia memberikan sifat yang baik dalam:

- i) pengisian gentian kaca yang baik
- ii) pembebasan gas yang lebih cepat
- iii) darjah pematangan yang baik kerana puncak eksoterma yang tinggi
- iv) kerintangan terhadap kekerasan dan goresan yang baik
- v) kerintangan kimia dan penyerapan air yang baik jika kesemua stirena yang ada terlibat dalam proses sambung-silang (Robert, 1982).

Kebanyakan resin yang termatang menggunakan suhu yang tinggi, kandungan stirena selalunya adalah dalam sekitar 45-60%, dan hanya sekitar 50% dari berat asasnya sahaja yang berjaya digunakan sebelum ia mengalami sebarang perencatan (Robert, 1982).

Bagaimanapun, keburukannya adalah kerana sifatnya yang mudah meruap, jika tidak diberi perhatian yang baik, ia mungkin akan menghasilkan letupan, bauan yang kurang

enak dan boleh mengganggu kesehatan ketika penggunaannya. Jika pematangan menggunakan terma atau pematangan cahaya, ia akan menghasilkan sisa stirena yang akan terperangkap dalam jalinan struktur komposit. Pada suhu yang tinggi, sisa stirena ini akan menyebabkan produk menjadi lepuh dan kemunculan kelopakan pada permukaan (Shi *et al.*, 1994).

2.1.1.6. Perencat

Resin poliester mempunyai satu kelemahan iaitu jangka hayatnya (“*shelf-life*”) yang sukar diramal. Ia perlu kepada satu sistem perencat bertujuan untuk menghalang dari berlaku pempolimeran pra-matang atau berlakunya kehilangan stirena. Perencat (“*inhibitor*”) adalah bahan yang akan menghalang pempolimeran berlaku dalam jangka masa tertentu. Ia juga dapat mempengaruhi darjah pempolimeran dan masa untuk mencapai puncak eksoterma. Pembantut (“*retarder*”) pula ialah bahan yang mengurangkan suhu puncak eksoterma tanpa mengurangkan masanya.

Pendedahan terhadap haba atau cahaya boleh menyebabkan sambung-silang yang tak terkawal dan ia akan meningkatkan kelikatan. Ini akan menghasilkan plastik semipejal atau berkeadaan gel yang tidak boleh diguna. Pempolimeran ini adalah berdasarkan radikal bebas. Radikal bebas yang aktif dihasilkan melalui pendedahan terhadap oksigen. Penambahan oksigen ini akan menyebabkan ikatan dubel pada stirena menghasilkan hidroperoksida yang akan merangsangkan proses pempolimeran. Hidroperoksida ini akan berubah menjadi peroksida dan jika dalam resin dengan pelarut stirena, ia akan berubah

kepada benzaldehid. Sebab itu resin polimer yang terdedah kepada udara akan menghasilkan bau seperti benzaldehid (Jadhav *et al.*, 1988). Radikal bebas yang terhasil dari proses-proses seperti ini boleh di“mati”kan oleh perencat seperti kuinon.

Selalunya selepas poliester tak tepu yang terhasil dilarutkan dalam stirena, ia cenderung untuk mengalami pempolimeran walaupun tanpa kewujudan mangkin. Jadi untuk memanjangkan jangka hayat semasa menyimpan resin, selalunya perencat dimasukkan. Ia dimasukkan selepas polikondensasi tamat dan sebelum dilarutkan dalam monomer.

Perencat berfungsi dengan menyerap radikal bebas yang terhasil dengan menderma atom hidrogen dan akan menghalang berlakunya pempolimeran. Dengan itu jangka hayat resin ini dapat dipanjangkan kepada satu tempoh yang dikehendaki. Peroksida yang ditambah dalam proses pematangan, selain dari menjadi mangkin atau pemula, ia juga berfungsi untuk meneutralkan fungsi perencat ini, supaya pematangan dapat diteruskan.

2.1.2. Agen Pelincir Pengacuanan

Fungsi agen pelincir adalah bagi memudahkan proses menceraikan resin yang termatang dari pengacuanan yang digunakan. Ia akan menyebabkan bahan yang terhasil mempunyai permukaan yang cantik.

Terdapat dua jenis agen pelincir yang digunakan iaitu agen pelincir luaran dan agen pelincir dalaman. Agen pelincir luaran selalunya memerlukan proses lanjutan selepas

resin termatang, kerana ia masih terlekat pada permukaan bahan yang terhasil. Jika tidak, ia sendiri yang akan mencatkan permukaan. Proses seperti ini kurang ekonomik. Agen pelincir dalaman digunakan dengan mencampur terus ke dalam sistem matriks. Ia akan menyerap terus ke permukaan bahan. Di samping itu, ia juga boleh berfungsi dalam menghasilkan penyebaran resin yang baik, maka penggelan yang berlaku dalam resin adalah sekata.

Agen pelincir dalaman akan melebur dan berpindah ke permukaan resin, menghalang daya lekitan antara permukaan logam dan resin termatang. Sebab itu jenis agen pelincir yang dipilih berdasarkan kepada takat leburnya yang mesti rendah dari suhu yang digunakan untuk proses pematangan. Sebagai contoh, asid stearik yang mempunyai takat lebur sekitar 70°C , digunakan untuk suhu pematangan di bawah 135°C , sementara zink stearat (takat leburnya 122°C) digunakan untuk pematangan antara suhu 135°C - 155°C (Robert, 1982).

Dalam proses sebatian pengacuananan pukal (BMC) yang menggunakan pengacuanan logam, penggunaan agen pelincir acuan diperlukan kerana resin poliester adalah berpolar, jadi ia mudah untuk melekat pada permukaan logam. Ini adalah kerana wujudnya daya tarikan antara resin dan permukaan logam yang juga berpolar. Logam bersifat polar, namun ion yang terdapat dalamnya tidaklah seaktif atau bergerak aktif seperti yang terdapat dalam bahan berpolar yang lain.

Kadar campurannya ke dalam matriks perlu diberi perhatian. Jika terlalu banyak, ia akan mengganggu sistem mangkin seterusnya akan mempengaruhi proses pematangan yang sedang berlaku (Bruins, 1976). Ia juga mempunyai kesan terhadap aktiviti agen pengliat, sebagai contoh zink stearat akan mengurangkan kelikatan matriks jika magnesium oksida digunakan sebagai agen pengliat berbanding kalsium stearat (Robert, 1982).

2.1.3. Agen Pengliat

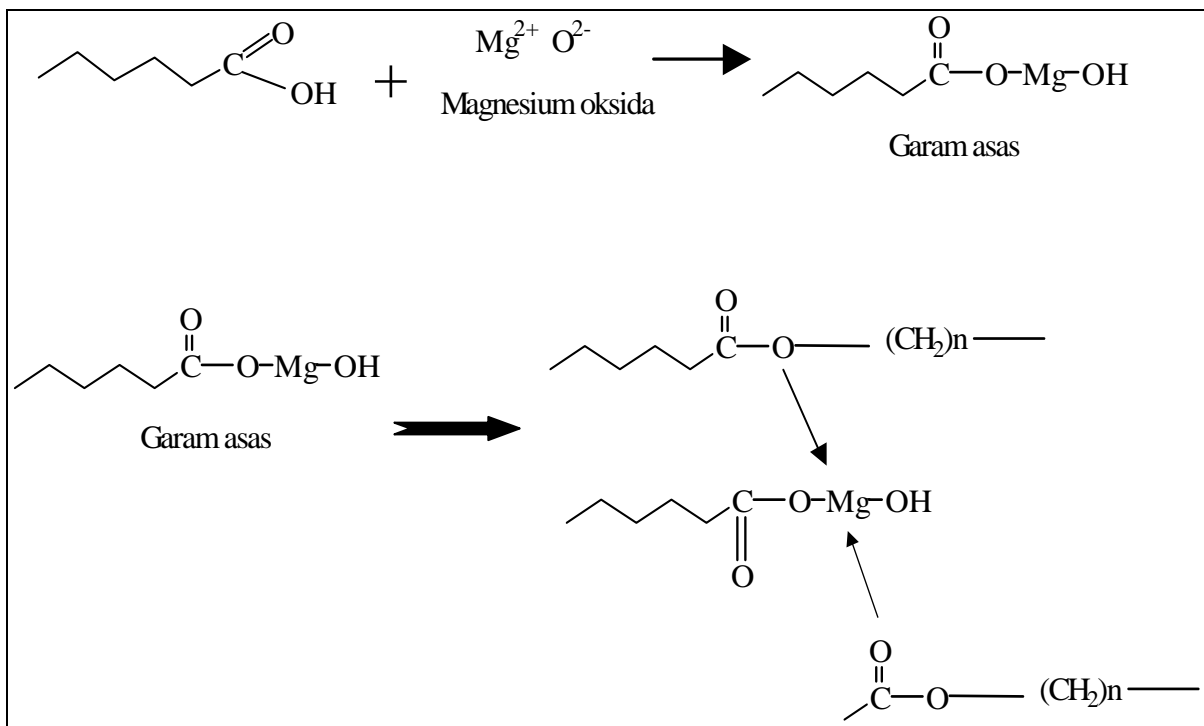
Dalam pembuatan SMC atau BMC, selalunya dilakukan pengliatan kimia dengan menggunakan oksida atau hidroksida alkali bumi. Tujuannya untuk meningkatkan kelikatan matriks di samping menjadikan campuran matriks berkeadaan sesuai untuk mengalami proses pematangan. Agen pengliat ini berfungsi sebagai agen yang merapatkan jarak antara rantai-rantai polimer tanpa melibatkan sebarang haba dari luar. Dengan itu, kelikatan yang tersedia sesuai untuk menjalani proses selanjutnya.

Pengliat yang selalu digunakan melibatkan interaksi kumpulan karboksil dari poliester tak tepu dengan oksida alkali bumi, seperti magnesium oksida (MgO) dan kalsium oksida (CaO) atau hidroksida lain yang boleh meningkatkan kelikatan sistem reaktif yang belum tersambung-silang (Yang *et al.*, 1997).

Nombor asid bagi poliester tak tepu mempunyai kesan terhadap proses pengliatan oleh MgO. Hanya kuantiti kecil MgO yang digunakan untuk menetapkan kelikatan yang rendah pada resin supaya masa untuk penembusan resin ke pengisi dapat dilanjutkan

sebelum ia terlikt. Penambahan kuantiti MgO akan meningkatkan kelikatan pada masa tertentu. Masa untuk mencapai kelikatan tinggi juga dapat dikurangkan dengan bantuan yang suhu tinggi (Bruins, 1976).

Pada amnya proses penglikatan berlaku antara kumpulan karboksil yang ada pada hujung rantai poliester dengan oksida atau hidroksida alkali bumi. Secara amnya tindakbalas adalah seperti berikut :



Rajah 2.1: Tindakbalas Penglikatan Poliester (Robert, 1982).

Ia digunakan dengan mencampurkan terus ke dalam matriks dengan menggunakan pencampur yang mempunyai daya ricih yang tinggi bagi menyeragamkan campuran. Selalunya pencampuran agen penglikt dibuat selepas percampuran resin-pengisi, oleh itu ia memerlukan pencampur yang lebih berkuasa untuk menyeragamkan campuran. Suhu yang paling sesuai ialah 40-50°C kerana pada ketika ini, kadar kelikatan akan meningkat

dengan cepat. Selain itu, agen penglikat ini juga dapat menghalang dari lembapan yang boleh merosakkan aktiviti penglikatan (Robert, 1982).

Taburan berat molekul (nombor asid) memainkan peranan dalam aktiviti penglikatan. Melalui nombor asid (NA), kuantiti MgO yang boleh disyorkan bagi resin yang digunakan dalam penyelidikan ini (nombor asid ialah 26), ialah melalui pengiraan seperti berikut:

Andaikan -COOH bertindakbalas dengan MgO , jadi $\text{eku COOH} = \text{eku MgO}$

Melalui persamaan nombor asid $(\text{NA}) = \frac{56100 \text{ e}_A}{W}$

$$\text{Eku} = \frac{W(\text{berat molekul})}{E(\text{g/eku})}$$

$$E_{\text{MgO}} = \frac{40.30}{2} = 20.15$$

Jadi $\text{eku COOH} = \text{eku MgO}$

$$\frac{(\text{NA})w}{56100} = \frac{w}{20.15}$$

$$\frac{(26)(100)}{56100} = \frac{w}{20.15}$$

Berat $\text{MgO}(w)$ yang perlu bagi setiap 100g resin ialah 0.93g

2.1.4. Pemangkin

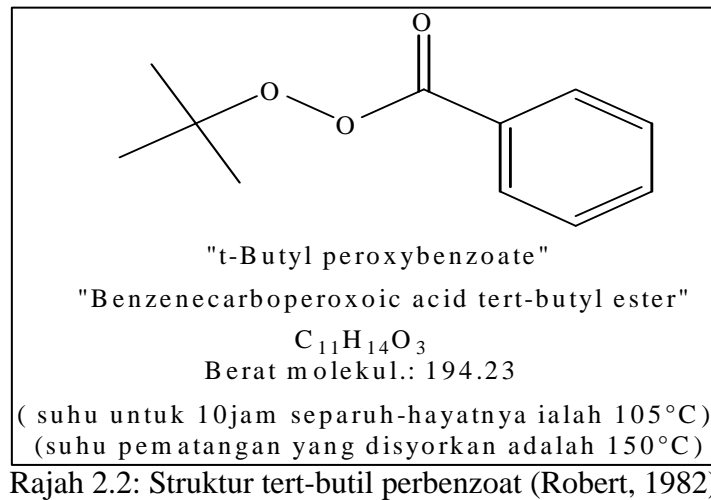
Peroksida merupakan bahan kimia yang mengandung satu atau lebih ikatan O-O. Secara amnya mempunyai struktur ROOR¹ atau ROOH yang mana R dan R¹ adalah kumpulan organik atau takorganik. Dengan kehadiran pengaruh haba atau cahaya, ikatan O-O yang lemah ini akan menghasilkan radikal bebas. Radikal bebas yang terhasil ini sangat reaktif yang mempunyai elektron bebas (yang tak terikat atau tak terpasang) dan mempunyai separa hayat yang rendah iaitu sekitar 10⁻³ saat atau kurang. Peroksida juga boleh melalui pemindahan elektron (tindakbalas redoks) untuk menghasilkan radikal. Antara kegunaan peroksida adalah dalam pematangan poliester tak tepu. Sekitar 30% poliester tak tepu yang termatang dengan peroksida adalah dengan menggunakan suhu tinggi (Ismail *et al.*, 2001).

Dalam poliester tak tepu, mangkin adalah bahan yang merangsangkan tindakbalas dengan ia sendiri yang akan bertukar bentuk terlebih dahulu dengan bantuan satu bahan atau sumber yang lain yang disebut pengaktif atau juga dikenali dengan nama pencepat.

Oleh sebab itulah mangkin lebih dikenali sebagai pemula. Ia akan berfungsi dengan menukar suatu bahan yang tidak aktif menjadi aktif dalam proses pematangan. Pencepat atau pengaktif yang digunakan bergantung kepada jenis mangkin. Dalam kajian ini digunakan mangkin jenis tert-butyl perbenzoat (TBP) yang memerlukan suhu yang tinggi untuk mengurai menjadi radikal bebas dan suhu yang tinggi itu sendiri yang bertindak sebagai pencepat. Organik peroksida yang digunakan sebagai mangkin akan mengurai

terlebih dahulu kepada radikal bebas sebelum menjanakan proses sambung-silang. Ia selalunya kurang stabil, sebab itu kebanyakannya hadir dalam bentuk larutan yang dilarutkan dalam pemplastik ataupun dalam bentuk serbuk yang dicampurkan dengan pengisi lengai. Kebanyakan peroksida organik digunakan dengan kuantiti 1-4% dari berat resin (Weatherhead, 1980).

Contoh peroksida yang digunakan adalah :



Disebabkan suhu adalah pengaktif bagi peroksida ini, maka perlu diketahui suhu separuh-hayat peroksida yang hendak digunakan, kerana jika suhu yang digunakan terlalu tinggi berbanding dengan suhu separuh-hayatnya, maka kadar penghasilan radikal bebas akan menurun (Robert, 1982).

Peroksida sebagai mangkin dipilih berdasarkan beberapa kriteria yang perlu dilihat selain dari jangka hayat, separuh-hayat serta suhu yang hendak digunakan. Kriteria-kriteria tersebut ialah had tekanan yang digunakan, ketebalan dan saiz bahan yang hendak dihasilkan, sifat semula jadi resin yang digunakan, jenis perencat yang terdapat dalam

sistem matriks tersebut, kehadiran pengisi, pigmen atau pewarna yang ada dalam matriks, agen pengikat dan akhir sekali suhu yang diperlukan untuk proses pematangan yang dijalankan (Bruins, 1976).

2.1.5. Pengisi

Pengisi memainkan peranan penting dalam mempengaruhi sifat komposit, terutama sekali yang berkaitan dengan sifat kelikatan dan reologi matriks dan komposit (Robert, 1982). Penggunaan pengisi dalam komposit bertujuan samada untuk mengurangkan kos pembuatan, meningkatkan sifat-sifat mekanikal dan fizikal dan lain-lain.

Pengisi memainkan peranan yang penting kepada poliester tak tepu yang termatang. Kajian tentang kesan pengisi kalsium karbonat (CaCO_3) mendapati, semakin banyak jumlah pengisi yang digunakan, pematangan akan bermula pada takat suhu yang rendah dan akan menghasilkan darjah pematang yang rendah. Kajian yang lain pula menyatakan dengan kehadiran pengisi akan meningkatkan kadar pematangan yang berlaku. Masa penggelan juga akan semakin kurang dengan campuran resin dengan pengisi berbanding dengan resin sahaja. Terdapat bukti menunjukkan bahawa CaCO_3 sebagai pengisi memberi kesan terhadap kinetik pematangan yang berlaku (Kenny, 1996).

Terdapat laporan yang menyatakan, melalui analisis termal DSC yang telah dijalankan, kehadiran pengisi kalsium karbonat (CaCO_3) memberi kesan kepada tempoh induksi. Kehadiran pengisi CaCO_3 dan juga gentian kaca akan lebih meningkatkan masa induksi